

PRODUÇÃO DE METACAULINITA A PARTIR DE CAULIM DA REGIÃO DE PRESIDENTE FIGUEIREDO, AM

KÉZIA PEREIRA LIBÓRIO NEVES^{1*}; JOÃO DE ALMEIDA MELO FILHO²;

¹Acadêmica de Engenharia Civil, UFAM, Manaus - AM, kezia_liborio@hotmail.com;

²Dr.em Materiais de Construção, Prof., FT, UFAM, Manaus - AM, jalmeida26179@gmail.com;

Apresentado no
Congresso Técnico Científico da Engenharia e da Agronomia – CONTECC'2018
21 a 24 de agosto de 2018 – Maceió-AL, Brasil

RESUMO: Esta pesquisa é resultado da investigação sobre o caulim existente na região de Presidente Figueiredo, AM. O caulim é um material formado por um grupo de silicatos hidratados de alumínio, sendo a caulinita o mineral predominante. A metacaulinita é uma sílica amorfa obtida através da calcinação de argilas caulínicas. Durante o processo de calcinação, a caulinita perde água de sua estrutura cristalina dando origem a uma estrutura amorfa. O ensaio de termogravimetria é o principal responsável por comprovar o consumo de hidróxido de cálcio pelas pozolanas, e mede a variação da massa de uma amostra em função da temperatura. Esse estudo teve como objetivo avaliar a viabilidade da produção de metacaulinita a partir de uma argila caulínica de Presidente Figueiredo.

PALAVRAS-CHAVE: caulim, metacaulinita, termogravimetria

METACAULINITE PRODUCTION FROM CAULIM OF THE REGION OF PRESIDENT FIGUEIREDO, AM

ABSTRACT: This research is the result of research on kaolin in the region of Presidente Figueiredo, AM. Kaolin is a material formed by a group of hydrated aluminum silicates, with kaolinite being the predominant mineral. Metacaulinite is an amorphous silica obtained by the calcination of kaolinite clays. During the calcination process, kaolinite loses water from its crystalline structure giving rise to an amorphous structure. The thermogravimetry assay is mainly responsible for proving the consumption of calcium hydroxide by pozzolans, and measures the variation of the mass of a sample in function of the temperature. This study aimed to evaluate the feasibility of the production of metacaulinite from a kaolinite clay of Presidente Figueiredo.

KEYWORDS: kaolin, metacaulinite, thermogravimetry

INTRODUÇÃO

O caulim é um material formado por um grupo de silicatos hidratados de alumínio, sendo a caulinita o mineral predominante. Além disso, é possível encontrar outras substâncias na sua composição como quartzo, mica, areia, feldspato, titânio, óxidos de ferro. Possui coloração branca devido ao baixo teor de ferro e é o sexto mineral mais abundante no globo terrestre (da Silva, 2001).

A caulinita é o aluminossilicato mais encontrado nos solos. É um produto desenvolvido a partir do intemperismo das rochas de climas tropicais e que ocorre em rochas sedimentares. É o principal mineral presente no caulim, e sua composição química é alumina (Al₂O₃), sílica (SiO₂) e água (H₂O) (Ferreira, 2010).

Ainda segundo Ferreira (2010), devido à diversidade geológica do Brasil, os solos caulínicos são divididos de acordo com sua origem e ocorrência. Os depósitos primários ocorrem por intempéries em rochas preexistentes; os depósitos secundários são de origem sedimentar em ambientes lacustres, lagunares ou deltaicos. Estes oferecem produtos de melhor qualidade devido à pureza do material.

Na região Norte do Brasil, principalmente nos estados do Amapá, Amazonas e Pará, ocorrem os depósitos sedimentares; correspondendo a 93% da reserva nacional de caulim. Os demais 7% distribuem-se nas outras regiões do Brasil em depósitos primários. No estado do Amazonas, o município de Manaus detém 68% das reservas nacionais (da Silva, 2001).

A metacaulinita é uma sílica amorfa obtida através da calcinação de argilas cauliniticas a temperaturas entre 500°C – 900°C (Lima, 2004), suas características físicas e químicas são influenciadas principalmente pelas condições de queima, composição mineralógica e finura do material (Sabir, *et al*, 2001).

Durante o processo de calcinação, a caulinita perde água de sua estrutura cristalina dando origem a uma estrutura amorfa. No entanto, a elevação da temperatura além do tempo necessário provoca a formação de novos compostos cristalinos estáveis, ocasionando a queda da atividade pozolânica (Netto, 2006). Sabe-se que a desidroxilação da caulinita começa por volta dos 500°C, e, a recristalização do material por volta de 950°C.

Na Malásia, Shafiq *et al* (2015) produziram metacaulinita em intervalos de 1 – 5h e temperaturas entre 600° - 800°C. Na temperatura inicial, 600°C, foi observado através do ensaio de difração de raio – x – DRX, que o tempo ideal de calcinação era de 5h, porém a caulinita não foi totalmente eliminada. Aos 700°C, após 2h de queima foi observado as maiores quantidades de sílica amorfa, porém para maiores tempos de queima, não foi observado ganho nas quantidades de sílica amorfa. Nas amostras queimadas a 800°C, durante 3 – 4h, os picos de sílica amorfa foram os maiores obtidos, mas ainda assim a desidroxilação não foi completa.

Cordeiro *et al* (2010) produziu e caracterizou pozolanas a partir de argilas do município de Campos de Goytacazes, RJ, e avaliou a influência da temperatura de queima na atividade pozolânica. As amostras foram calcinadas entre 550 – 950°C, durante 3h. Através da determinação do índice de atividade pozolânica e de ensaio de difração de raio – x (DRX) foi constatado que à temperatura de 650°C alcançou-se 94% de atividade pozolânica, enquanto que a 950°C houve o início de recristalização da argila e o menor valor de atividade pozolânica, 77%.

Esse estudo teve como objetivo avaliar a viabilidade da produção de metacaulinita a partir de uma argila caulinitica de Presidente Figueiredo.

MATERIAL E MÉTODOS

O caulim utilizado foi coletado no afloramento de caulim que ocorre na ponte sobre o Igarapé Cabeça Branca, BR 174, localização 5°10.2'S 60°01'58.7"W, figura 1 (a).

Figura 1. Afloramento de Caulim, BR 174.



Fonte: Autor, 2017

Uma parte do material foi levada a estufa elétrica durante 24h a temperatura de 80° - 100°C, pois o mesmo encontrava-se úmido e em forma de torrões (figura 2 (a)). Após a secagem, foi destorroado manualmente através de almofariz e pistilo de porcelana, e, a fim de alcançar a granulometria ideal para produção de material pozolânico, foi passado na peneira 150 µm (n° 100).

O material passado nas peneiras foi calcinado em forno resistivo mufla da marca QUIMIS Q318M com capacidade de 1200°C, a 800°C com taxa de aquecimento de 15°C/min, durante 2 horas e resfriado dentro do forno durante 2h.

O tempo de calcinação influencia diretamente no processo de transformação dos minerais em metacaulinita e na produção de sílica amorfa. A temperatura e o tempo de calcinação foram definidos com base nos estudos de (Shafiq, *et al* 2015; Mallik, *et al* 2015; Ng, *et al*, 2016; Oliveira & Barbosa, 2006) e, principalmente, de Campos (2016) que utilizou a mesma argila caulinítica da região de Presidente Figueiredo.

Figura 2. Produção da metacaulinita. a) Material em torrões; b) material calcinado



(a)

(b)

Fonte: Autor, 2017

O ensaio de termogravimetria é o principal responsável por comprovar o consumo de hidróxido de cálcio pelas pozolanas. A análise termogravimétrica (TG) mede a variação da massa de uma amostra em função da temperatura. É utilizada com a finalidade de caracterizar a cinética dos processos físico-químicos, decomposição e estabilidade térmica das reações. Os resultados são expressos em curvas variação de massa versus temperatura ou tempo (Silva, 2013).

O ensaio consiste no aquecimento de uma pequena quantidade de amostra até 1000°C, com taxa de aquecimento de 10°C/min, em atmosfera inerte (gás nitrogênio) ou oxidante (gás oxigênio ou ar). (Beims, *et al* 2016)

Através dessa técnica de análise é possível avaliar como os aditivos minerais atuam na quantidade de água quimicamente combinada com relação aos produtos do cimento hidratado – hidróxido de cálcio, silicato de cálcio hidratado e aluminato de cálcio hidratado, pois os sais formados nas reações pozolânicas tem composição química semelhante. (Gonçalves, *et al*, 2006)

A pasta de cimento foi ensaiada aos 28 dias de idade, e metodologia adotada foi a mesma de Melo Filho (2012) e Gonçalves, *et al*. (2006). O ensaio foi realizado em um SDT Q600 da Ta Instrument, localizado no laboratório de Ensaio Físico-Químicos/FT/UFAM. Cada amostra retirada das pastas hidratadas pesava aproximadamente 11mg e o fluxo de gás Nitrogênio 5.0 foi de 30 ml/min. Foi utilizada uma amostra de referência sem metacaulinita, e, uma com 50% de substituição parcial do cimento.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

As curvas termogravimétricas (TG) obtidas nos permitem avaliar a perda de massa com o aumento da temperatura, e, através das curvas derivadas (DTG) é possível identificar os picos referentes à vaporização da água e decomposição dos produtos de hidratação.

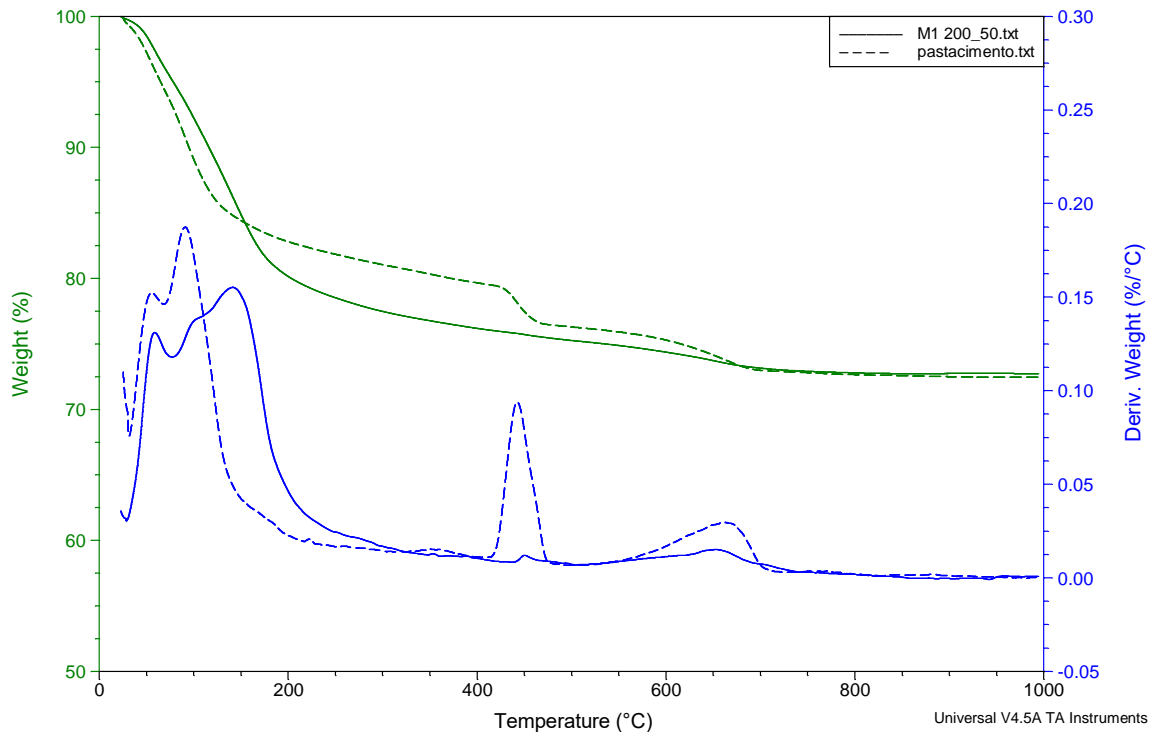
O ensaio de termogravimetria foi realizado nas amostras das pastas M0 (linha tracejada) e M50 (linha contínua), conforme a Figura 3.

A primeira inclinação da TG e o primeiro pico da DTG, ocorridos na faixa de 25° aos 300°C indicam a perda de massa devido à evaporação da água, desidratação dos silicatos, aluminatos e do gesso.

No intervalo de 400° a 500° C ocorre à desidroxilação do hidróxido de cálcio Ca(OH)_2 . Durante essa reação ocorre a liberação de óxido de cálcio (CaO) e água. Na amostra M0 é identificada a perda de massa, enquanto que na M50 o pico tem uma redução superior a 90% indicando que quase não há

Ca(OH) 2 presente na mistura. Isto deve - se ao fato de que a metacaulinita consumiu o hidróxido de cálcio durante o período de hidratação, aumentando o teor de água quimicamente combinada.

Figura 3 .Termograma das amostras



O terceiro pico ocorre no intervalo compreendido entre 600o e 750o C. Esse pico é identificado pela decomposição do carbonato de cálcio CaCO_3 , formação de óxido de cálcio (CaO) e gás carbônico (CO_2). O pico da amostra M50 representa uma diminuição superior a 50% do pico da amostra M0. A ausência do carbonato de cálcio é um resultado positivo, pois a presença dele favorece a deterioração das fibras, prejudicando o desempenho no compósito.

Melo Filho (2012) produziu matrizes utilizando 50% de substituição parcial de cimento por metacaulinita comercializada industrialmente. As amostras foram submetidas a análise termogravimétrica em diferentes idades. Aos 28 dias, a matriz de referência apresentava 14,4% de Ca (OH)2 enquanto a outra apresentava 0,49%. Aos 180 dias foi possível comprovar que a matriz com metacaulinita estava livre de hidróxido de cálcio e restavam apenas 0,30% de carbonato de cálcio.

Diante destes resultados, é possível comprovar que a amostra M50 é a que apresenta melhores condições para utilização em compósitos com fibras vegetais, por exemplo. A metacaulinita atua como um tratamento na matriz, eliminando do hidróxido de cálcio, impedindo que as fibras mineralizem na presença dele. Além disso, prova – se também a viabilidade da argila caulínica para produção de metacaulinita.

CONCLUSÃO

A argila caulínica utilizada se mostrou viável para a produção da metacaulinita. Os parâmetros de calcinação adotados foram satisfatórios, e, através da composição química apresentada na literatura, pode – se considerar o caulim da região é um caulim de alta reatividade. Os termogramas obtidos comprovaram a viabilidade do teor de 50% para produção de uma matriz, praticamente, livre de hidróxido de cálcio.

REFERÊNCIAS

- Beims, R., Rockemback, J., JORGE, F., Meier, H., Ender, L., & Wigger, V. (2016). Calcinação de argilas caulínicas. XXI Congresso Brasileiro de Engenharia Química. Fortaleza.
- Campos, W. A. (2016). Placas cimentícias obtidas a partir de argamassa de aluminossilicatos . Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Amazonas, Programa de Pós Graduação em Engenharia Civil - PPGEC, Manaus.
- Cordeiro, G., & Désir, J. (2010). Potencial de argila caulínica de Campos de Goytacazes, RJ, na produção de pozolana para concreto de alta resistência. *Cerâmica*, 71-76.
- da Silva, S. P. (2001). Caulim. *Balanço Mineral Brasileiro*. Brasil.
- Ferreira, M. M. (2010). Caracterização de argilas caulínicas do Quadrilátero Ferrífero visando seu potencial na indústria de cerâmica. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, Minas Gerais.
- Gonçalves, J. P., Toledo Filho, R. D., & Fairbairn, E. M. (2006). Estudo da hidratação de pastas de cimento Portland contendo resíduo cerâmico por meio de análise térmica. *Ambiente Construído*, 83-94.
- Lima, P. R. (2004). Análise teórica experimental de compósitos reforçados com fibras de sisal. Tese de Doutorado, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro.
- Mallik, A., Barik, A. K., & Pal, B. (Abril de 2015). Comparative studies on physico-mechanical properties of composite materials of low density polyethylene and raw/calcined kaolin. *Journal of Asian Ceramic Societies*, pp. 212-216.
- Melo Filho, J. d. (2012). Durabilidade química e térmica e comportamento mecânico de compósitos de alto desempenho reforçados com fibras de sisal. Tese de Doutorado, Universidade Federal do Rio de Janeiro, UFRJ, Rio de Janeiro.
- Ng, S., Jelle, B. P., & Staehli, T. (Junho de 2016). Calcined clays as binder for thermal insulating and structural aerogel incorporated mortar. *Cement and Concrete Composites*(72), pp. 213-221.
- Netto, R. M. (2006). *Materiais Pozolânicos*. Monografia de Especialização , Universidade Federal de Minas Gerais , Escola de Engenharia , Belo Horizonte.
- Oliveira, I. R. (2013). Propriedades mecânicas, físicas e químicas de compósitos cimentícios reforçados com fibras longas de Juta e de Malva. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Amazonas, Manaus. 41
- Oliveira, M. P., & Barbosa, N. P. (2006). Potencialidades de um caulim calcinado como material de substituição parcial do cimento em argamassas. *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental*, 10, 490 - 496.
- Silva, M. A. (2013). Obtenção e caracterização de compósitos cimentícios reforçados com fibras de papel e embalagem de cimento. Dissertação de Mestrado, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais , Belo Horizonte.
- Shafiq, N., Nuruddin, M. F., Khan, S. U., & Ayub, T. (Março de 2015). Calcined kaolin as cement replacing material and its use in high strength concrete. *Construction and Building Materials* , pp. 313-323.